

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) № de publication :  
(A utiliser que pour  
le classement et les  
commandes de reproduction.)

2.123.824

(21) № d'enregistrement national :  
(A utiliser pour les paiements d'annulés,  
les demandes de copies officielles et toutes  
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

71.03379

## (15) BREVET D'INVENTION

PREMIÈRE ET UNIQUE  
PUBLICATION

(22) Date de dépôt ..... 2 février 1971, à 14 h 23 mn.  
Date de la décision de délivrance..... 21 août 1972.  
Publication de la délivrance ..... B.O.P.I. — «Listes» n. 37 du 15-9-1972.

(51) Classification internationale (Int. Cl.) C 11 b 9/00.

(71) Déposant : Société dite : L'ORÉAL, résidant en France.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Jacques Peusset, Conseil en brevets, 10, avenue de Clichy, Paris (18).

(54) Composition odorifère solide à température ambiante et procédé de préparation correspondant.

(72) Invention de : Jean Daeninckx.

(33) (32) (31) Priorité conventionnelle :

La présente invention a trait à une composition solide se présentant sous forme d'une masse translucide ou opaque et pouvant être conditionnée sous forme de blocs et de bâtons peu fragiles, ladite composition permettant néanmoins une évaporation 5 lente de produits odorifères volatils.

On a déjà réalisé des compositions se présentant sous forme de solides relativement mous et fragiles que l'on pouvait conditionner en bâtons, lesdites compositions constituant le support de produits actifs non volatils : c'est le cas, en particulier, 10 des produits déodorants solides qui renferment, d'une part, une masse-support constituée d'un savon gélifiant, d'autre part, des solvants non évaporables du produit actif et, enfin, au moins un produit actif tel que de l'hexachlorophène, par exemple.

Les compositions de la présente invention diffèrent 15 essentiellement des produits ci-dessus mentionnés en raison du fait que l'on recherche un produit solide plus dur, c'est-à-dire plus facilement transportable, que les compositions du type "déodorant" solide pour lesquelles, au contraire, le produit doit être suffisamment mou pour permettre une application indolore sur la peau. 20 De plus, le but de la présente invention est d'obtenir un produit permettant, malgré sa solidité, une évaporation convenable d'éléments odorifères volatils pendant un temps suffisamment long : cet impératif conduit à envisager l'incorporation d'une quantité importante de parfum ce qui a tendance à faire diminuer la solidité 25 de la composition désirée. Enfin, la présente invention a pour but de décrire une composition qui satisfait, en outre, à un troisième impératif, à savoir : celui de posséder un point de fusion assez peu élevé de façon à permettre une introduction à chaud des parfums sans entraîner la dégradation desdits parfums ; ce troisième impératif pourrait sembler relativement incompatible avec 30 la nécessité de dureté des compositions solides désirées.

La présente invention a pour objet le produit industriel nouveau que constitue une nouvelle composition solide odorifère, essentiellement caractérisée par ce fait qu'elle comporte, 35 pour au moins 95% en poids de la masse totale, en premier lieu, de 5 à 40% de savon gélifiant, en second lieu, de 10 à 85% de solvant organique, en troisième lieu, de 0 à 30% d'eau, et en quatrième lieu, de 10 à 70% d'un parfum volatil.

On a constaté, de façon surprenante, qu'en respectant 40 les gammes de proportions indiquées pour les quatre constituants

essentiels de la composition selon l'invention, on obtenait un produit solide se présentant sous forme de gel, ayant une température de fusion comprise entre 40°C et 80°C environ, ayant une solidité satisfaisante en ce qui concerne le transport et la manipulation 5 et permettant enfin une évaporation lente des produits volatils odorifères renfermés dans la composition. Il est important de souligner que dans la composition selon l'invention, les produits odorifères sont des produits liquides volatils et non des produits solides sublimables, ce qui permet d'obtenir la composition 10 sous forme de gel consistant et non sous forme de pâte épaisse. De plus, la fabrication d'une telle composition est relativement économique ce qui permet, à poids constant et pour un prix de revient égal, d'incorporer plus de parfums que dans les produits odorifères distribués sous forme d'aérosol.

15 On a constaté qu'un bloc constitué d'une composition selon l'invention a une action odorifère efficace pendant un temps pouvant aller de 200 à 400 heures environ. Il est clair que l'action odorifère d'un tel bloc dépend essentiellement de la forme de ce bloc et de la ventilation autour dudit bloc. On pourra donc, 20 avec une composition selon l'invention, arrêter ou restreindre l'action odorifère du bloc en supprimant ou en diminuant la ventilation autour du bloc.

On a constaté également que la dureté des blocs solides obtenus selon l'invention diminue, lorsque l'on augmente la 25 proportion d'eau dans la composition ou lorsque l'on diminue la proportion de savon gélifiant ; simultanément, dans ces deux cas, les capacités d'évaporation des produits odorifères contenus dans la composition selon l'invention augmentent. On a constaté également que la nature des solvants utilisés et leur vitesse d'évaporation 30 avaient une influence sur la bonne consistance du bloc obtenu et sur sa capacité d'évaporation.

Dans une variante de réalisation de la composition selon l'invention, on ajoute aux quatre constituants de base de ladite composition une faible quantité de charge, dans une proportion 35 comprise par exemple entre 1% et 3%. Les charges, que l'on peut utiliser, sont en particulier, des pigments en poudre tels que l'oxyde de titane. La composition peut en outre contenir des adjuvants tels que des produits bactéricides ou absorbeurs d'odeurs. On constate que l'addition de charges pulvérulentes permet d'opacifier 40 les blocs de produit, qui en l'absence de charge, se présen-

tent sous forme de masses translucides.

Dans un mode de réalisation on utilise comme savon géifiant du stéarate de soude ; les solvants organiques utilisés peuvent être avantageusement choisis parmi le groupe formé par les 5 glycols et leurs dérivés, c'est-à-dire les mono et diesters, les mono et diéthers, et les éthers-esters, par exemple l'éthylène-glycol et ses monoéthers, le méthoxy-2-éthanol, l'éthoxy-2-éthanol, le butoxy-2 éthanol, le mono acétate d'éthylène glycol, le diacétate d'éthylène glycol, l'acétate du méthoxy-2 éthanol, le propane diol 1,2, le butane diol 1,3, et le méthoxy-2 pentane diol 2,4, le dipropylène glycol, et certains polyglycols tels que le polyéthylène-glycol (4000) ; on peut également utiliser, en mélange ou à la place des glycols, des alcools tels que l'éthanol ou des trialcools tels que la glycérine.

15 Afin de favoriser l'évaporation des produits liquides volatils odoriférants, on utilise avantageusement des composés volatils tels que l'éthanol, le méthoxy-2 éthanol, et l'éthoxy-2 éthanol.

La composition peut également contenir des huiles telles 20 que l'huile minérale (référence "250 T" de la Société ESSO STANDARD) ou l'huile de ricin, ou encore des esters d'acide gras tels que le myristate d'isopropyl, ou bien des esters de diacides tels que le phthalate d'éthyl.

La présente invention a également pour objet un procédé 25 de préparation d'une composition odorifière solide telle que ci-dessus définie, essentiellement caractérisée par ce fait que, dans un récipient, on verse les solvants organiques de la composition, que l'on ajoute un acide gras saponifiable, que l'on chauffe jusqu'à 70°C environ en agitant doucement, jusqu'à ce que l'acide 30 gras soit complètement dissous, que l'on introduit alors la base de saponification de l'acide gras et l'eau, puis éventuellement les charges et additifs, que l'on homogénéise et que l'on ajoute enfin les parfums volatils à une température inférieure ou égale à 70°C.

35 Dans un mode préféré de mise en œuvre du procédé selon l'invention, l'acide gras saponifiable est l'acide stéarique et la base de saponification est une solution aqueuse de soude; les deux premières opérations du procédé sont effectuées à 60°C environ et le mélange des deux produits liquides ainsi obtenu est 40 assuré par l'immersion dans la réaction à une température légère-

ment supérieure à 60°C ; on ajoute les solvants organiques de la composition et en particulier, les gylcols, à une température voisine de 50°C ; on ajoute les parfums lorsque la masse a une température inférieure à 70°C mais supérieure à la température de solidification.

La présente invention a, enfin, pour objet un bâton cylindrique odorifère, essentiellement caractérisé par ce fait qu'il est constitué d'une composition solide telle que ci-dessus définie.

- 10 Il convient de préciser qu'un tel bâton odorifère peut être avantageusement conditionné dans un récipient à ventilation variable, réglable en fonction des besoins de l'utilisateur, et que les recharges destinées à un tel récipient de conditionnement peuvent, sans difficulté, être simplement enveloppées dans une  
 15 pellicule imperméable aux parfums odorifères, ce qui évite l'évaporation et s'avère suffisant en raison de la dureté satisfaisante de la composition et de son absence de fragilité.

Pour mieux faire comprendre l'objet de l'invention, on va en décrire maintenant, à titre d'exemples purement illustratifs 20 et non limitatifs, trois modes de réalisation décrits dans les exemples ci-après :

#### Exemple 1

On réalise un bloc cylindrique de 70 g, ayant une hauteur égale à deux fois son diamètre, au moyen d'une composition 25 correspondant à la formulation suivante :

- acide stéarique (stéarine) .....	180 kg
- solution aqueuse de soude à 46° Baumé .....	55 kg
- propylène-glycol .....	145 kg
- éthylène-glycol .....	338 kg
30 - eau .....	80 kg
- parfum de pin liquide .....	200 kg
- oxyde titane en poudre .....	2 kg

Ce bloc a une action odorifère satisfaisante dans une pièce de 30 m<sup>3</sup> pendant 300 heures environ.

#### Exemple 2

On réalise un bloc cylindrique de 70 g, ayant une hauteur égale à deux fois son diamètre, au moyen d'une composition correspondant à la formulation suivante :

- acide stéarique (stéarine) .....	140 kg
40 - solution aqueuse de soude à 46° Baumé .....	42,7 kg

- éthylène-glycol .....	537,3 kg
- eau .....	80 kg
- parfum de pin liquide .....	200 kg

On constate que le bloc ainsi obtenu a une action  
5 odorifère satisfaisante dans une pièce de 100 m<sup>3</sup> pendant un temps  
de 200 heures environ.

Exemple 3

On réalise un bloc cylindrique de 70 g, ayant une  
hauteur égale au double de son diamètre, au moyen d'une composi-  
10 tion répondant à la formulation suivante :

- acide stéarique (stéarine) .....	139 kg
- solution aqueuse de soude à 46° Baumé .....	32 kg
- hexylène-glycol .....	120 kg
- éthylène-glycol .....	240 kg
15 - eau .....	269 kg
- parfum de pin liquide .....	200 kg

On constate que le bloc ainsi obtenu a une action  
odorifère satisfaisante dans une pièce de 30 m<sup>3</sup> pendant une durée  
de 200 heures.

20 Il est bien entendu que les modes de réalisation ci-  
dessus décrits ne sont aucunement limitatifs et pourront donner  
lieu à toutes modifications désirables sans sortir pour cela du  
cadre de l'invention.

R E V E N D I C A T I O N S

1 - Composition solide odorifère, essentiellement caractérisée par ce fait qu'elle comporte, pour au moins 95% en poids de la masse totale, en premier lieu, de 5 à 40% de savon gélifiant, 5 en second lieu, de 10 à 85% de solvant organique, en troisième lieu, de 0 à 30% d'eau, et en quatrième lieu, de 10 à 70% d'un parfum volatil.

2 - Composition selon la revendication 1, essentiellement caractérisée par ce fait qu'elle comporte, outre les quatre constituants de base, une faible quantité de charges, dans une proportion comprise par exemple entre 1 % et 3 % en poids du mélange total.

3 - Composition selon la revendication 2, essentiellement caractérisée par ce fait que les charges contenues dans la composition, à côté des quatre constituants de base, comprennent des pigments en poudre.

4 - Composition selon la revendication 1, essentiellement caractérisée par ce fait qu'elle comporte, outre les quatre constituants de base, une faible quantité, dans une proportion comprise par exemple entre 1% et 3% en poids du mélange total, tels que des produits bactéricides ou absorbants d'odeurs.

5 - Composition selon l'une des revendications 1 à 4, essentiellement caractérisée par ce fait qu'elle comprend, comme savon gélifiant, du stéarate de soude.

25 6 - Composition selon l'une des revendications 1 à 5, essentiellement caractérisée par ce fait que les solvants organiques utilisés sont volatils.

7 - Composition selon l'une des revendications 1 à 5, essentiellement caractérisée par ce fait que les solvants sont choisis dans le groupe formé par les glycols et leurs dérivés tels que les mono et diesters, les mono et diéthers, les éthers-esters, par exemple l'éthylène-glycol et ses monoéthers, le méthoxy-2 éthanol, l'éthoxy-2 éthanol, le butoxy-2 éthanol, le mono acétate d'éthylène glycol, le diacétate d'éthylène glycol, l'acétate du méthoxy-2 éthanol, le propane diol 1,2, le butane diol 1,3, et le méthoxy-2 pentane diol 2,4, le dipropylène glycol, et certains polyglycols tels que le polyéthylène-glycol (4000), les alcools tels que l'éthanol ou les trialcools tels que la glycérine.

8 - Procédé de préparation d'une composition odorifère 40 solide telle que ci-dessus définie, essentiellement caractérisé

par ce fait que, dans un récipient, on verse les solvants organiques de la composition, que l'on ajoute un acide gras saponifiable, que l'on chauffe jusqu'à 70°C environ en agitant doucement, jusqu'à ce que l'acide gras soit complètement dissous, que l'on 5 introduit alors la base de saponification de l'acide gras et l'eau, puis éventuellement les charges et adjuvants, que l'on homogénéise et que l'on ajoute enfin les parfums volatils à une température inférieure ou égale à 70°C.